

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-58870

(43)公開日 平成6年(1994)3月4日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 0 1 N 21/31

21/62

識別記号

A 7370-2 J

Z 9115-2 J

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数6(全 5 頁)

(21)出願番号

特願平4-208344

(22)出願日

平成4年(1992)8月5日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 森谷 一夫

茨城県勝田市大字市毛882番地 株式会社

日立製作所計測器事業部内

(72)発明者 岩田 浩二

茨城県勝田市大字市毛882番地 株式会社

日立製作所計測器事業部内

(72)発明者 小口 一夫

東京都青梅市今井2326番地 株式会社日立

製作所デバイス開発センタ内

(74)代理人 弁理士 高橋 明夫 (外1名)

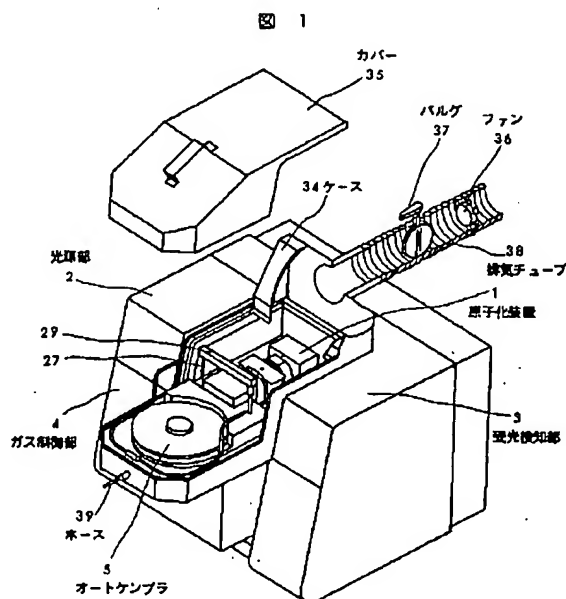
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 原子吸光、発光分析装置

(57)【要約】

【目的】 室内の塵埃の侵入を防ぎ、装置内部で発生する有害ガスを排出することのできる原子吸光、発光分析装置を提供する。

【構成】 オートサンブラと組み合わせた原子化装置1を収容するケース34の上面に防塵用のカバー35を設け、さらに、外部より不活性のクリーンガスを注入して原子化装置1の全面部に吹き出し、風量調整用バルブ37とファン36を内蔵する排気チューブにより外部に排気する。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 複数のサンプルカップ内の試料を供給するオートサンプラと試料を原子化してその吸光、発光特性を測定する原子化装置とを備えた原子吸光、発光分析装置において、上記オートサンプラと原子化装置を収容するケースの上面に着脱可能なカバーを設けたことを特徴とする原子吸光、発光分析装置。

【請求項2】 請求項1において、上記オートサンプラと原子化装置を収容するケース内に不活性ガスのバージ用ガスを供給する手段と上記バージ用ガスの排気手段とを設けたことを特徴とする原子吸光、発光分析装置。

【請求項3】 請求項2において、上記バージ用ガスの排気手段を風量調整用のバルブとファンを内蔵する排気チューブとしたことを特徴とする原子吸光、発光分析装置。

【請求項4】 請求項2または3において、上記バージ用ガスの吹出口を原子化装置の近傍に配備したことを特徴とする原子吸光、発光分析装置。

【請求項5】 請求項1ないし4のいずれかにおいて、上記カバーを難燃性透明プラスチック材により構成するようにしたことを特徴とする原子吸光、発光分析装置。

【請求項6】 請求項1ないし5のいずれかにおいて、上記バージ用ガスを塵埃、異種ガス等を予め除去したものとしたことを特徴とする原子吸光、発光分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は原子吸光光度計や発光分析装置等に係わり、とくにオートサンプラを有する装置の測定環境を清浄化した原子吸光、発光分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】図6は従来のフレームレス原子吸光光度計における原子化装置1及びオートサンプラ5の断面図である。フレームレス原子吸光光度計は鉄鋼、石油、薬品、食品等の中の微量元素をppb~pptレベルで分析するために広く利用されている。また、最近では半導体の製造過程で使用する純水や試薬の品質管理、あるいはウェハー洗浄水中の汚染重金属の測定用や、血液や尿中の重金属に測定等にも用いられている。

【0003】また、フレームレス原子吸光光度計には測定時間を短縮し、測定精度を向上するためにオートサンプラ5と組み合わせる場合が多い。図6において、試料は左側のオートサンプラ5により右側の原子化装置1内に運ばれる。原子化装置1内のキューベット6の両側はグラファイト電極7、8にはさみこまれて金属電極9、10に圧入、保持されている。金属電極9、10はボルト13、14によりそれぞれ電極支持台11、12に固定され、電極支持台11、12は軸受19を介して2本の平行な摺動軸15上に摺動可能に載置される。

【0004】また、電極支持台11、12間にはバージ

2

ガス封入口16を有する部材17が設けられている。摺動軸15の右端はボルト18にて固定され、また、ストップパ20と軸受19との間にばね21を設けて電極支持台11を右方に押圧するようにしているので、キューベット6の両端にはばね21による圧力が印加されている。キューベット6の上にはキューベット6の加熱時の空気を遮断するための取っ手23を有する蓋22が設けられる。

【0005】オートサンプラ5は、ターンテーブル25の所定のサンプルカップ24から試料41をノズル27によりチューブ30内に吸引し、サンプルアーム31が回転して原子化装置1の蓋22の穴32を介してキューベット6内に所定量の試料41を供給する。ターンテーブル25上のサンプルカップ24は回転軸28により順次回転して試料をノズル27下に配送する。

【0006】なお、ターンテーブル25上には塵埃がサンプルカップ24内に入るのを防止するためにサンプルカバー26が置かれる。電極支持台11、12には電力ケーブルが接続され、最大400Aの電流によりキューベット6を加熱して内部の試料を分解し原子化する。この加熱を誤ると試料が突沸して良好な再現性が得られない。また、キューベット6の中心部の原子蒸気に原子スペクトル光源の光を照射して原子吸光分析を行なう。

【0007】上記フレームレス分析では、試料を乾燥、灰化、原子化の順に加熱するので通常1検体に1~3分間の測定時間を要する。また、サンプルを手動により挿入すると、さらに時間がかかるうえ、サンプル量もばらつくので通常オートサンプラが使用されている。また、実開昭62-178353号公報には、フレームレス原子吸光分析装置の上部をカバーで覆ってキューベット加熱時に発生する有害ガスを排気ダクトにより排出することが記載されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】上記フレームレス分析は分析感度が高いため、室内の塵埃、空気中の汚染ガス等の影響を大きく受けやすいという問題があった。測定サンプルには液体の他に、岩石、プラスチック、鉄鋼、植物、食品等の固体状物も多く、固体状物の場合には硝酸や塩酸等の酸性試薬あるいは有機溶媒等を用いて液化化するため、加熱の際の煙や有害な蒸気がキューベット6周囲に飛散して周辺部品を錆させたり、コンタミネーションを起こして分析精度を悪化させる。

【0009】例えば、空気中の塵埃がキューベット内に入ったり、キューベット6から放出された酸性蒸気がキューベット表面に付着すると、シリコンやナトリウム、マグネシウム等の分析精度が大きく低下する。このため、ナトリウムやシリコン等の分析には予め原子吸光光度計をクリーンルーム内に設置するようにしていたが、大型化し、高価格になる等の問題があった。

【0010】上記実開昭62-178353号公報では、原子化装置にカバーを設けて室内の塵埃の混入を防

ぎ、同時にキュベット加熱時の有毒ガスを排出するようにしていたが、オートサンプラを一体にしたフレームレス原子化装置については同様な配慮がなされておらず、上記原子化装置のカバーがオートサンプラの動作の邪魔になったり、オートサンプラにはバージ用ガスが廻らない等の問題があった。本発明の目的は、上記クリーンルームを用いることなく、また、室内空気やキュベットからの有毒ガスによる汚染を防止して高精度で再現性良く分析することのできるオートサンプラ付きの原子吸光、発光分析装置を提供することにある。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、オートサンプラと原子化装置を収容するケースの上面に着脱可能なカバーを設けるようにする。また、上記カバーを難燃性透明プラスチック材により構成するようにする。また、上記ケース内に不活性ガスのバージ用ガスを供給し排気手段により外部に排気するようにする。また、上記バージ用ガスを塵埃、異種ガス等を予め除去したクリーンなものとする。さらに、上記排気手段を風量調整用のバルブとファンを内蔵する排気チューブとする

#### 【0012】

【作用】上記カバーはオートサンプラと原子化装置を収容するケース内に外部から塵埃が侵入することを防止し、上記難燃性透明プラスチック材のカバーはオートサンプラと原子化装置の動作状態のモニタを可能にする。また、上記バージ用ガスは原子化装置が発しする有害ガスを外部に排気し、また、上記バージ用ガスをクリーンなものとするにより塵埃、異種ガス等のケース内侵入が防止される。また、上記排気チューブの風量調整用のバルブとファンは排気速度の調整を可能にする。また、上記バージ用ガスの吹出口を原子化装置の近傍に配備することにより、オートサンプラ近傍のバージ用ガスの流速を緩め、または停滞させて試料の蒸発を防止する。

#### 【0013】

【実施例】図1は本発明によるフレームレス原子吸光度計の外観図である。図1においては、原子化装置1により原子化した溶液試料原子に光源部2のホロカソードランプが発光する目的元素の輝線を照射し、その吸収スペクトルを受光検知部3により検出する。また、ガス制御部4は原子装置1に流すガス流量を制御し、オートサンプラ5は多数の試料を原子化装置1内のキュベットに所定の順序で自動的に供給する。

【0014】図2は上記フレームレス原子吸光度計の部分断面図である。ケース34の上部に露出しているオートサンプラ5と原子化装置1をカバー35により隙間なく覆って外部空気を遮断する。なお、キュベットの加熱状態やオートサンプラの動作状況を観察して安全性

を確認するためにカバー3には透明の難燃性プラスチック材等を用いることが望ましい。

【0015】さらに、ケース34前面の継手40にホース39を接続してクリーンな窒素やアルゴン等のバージガスを装置内部に注入し、ケース34後方の排気チューブ38より室外に排気するようにする。このときキュベット6の加熱により発生する有害ガスも排気される。なお、排気チューブ38内には排気用のファン36と風量調整用のバルブ37を内蔵してキュベット6加熱時に発生するを効率良く装置の室外に排出するようにするので上記有害ガスが分析精度に悪影響を与えたり、周辺の機器を腐食させたり、また人体に悪影響を与えることを防止することができる。

【0016】また、継手40によりホース39からのバージガスを2分岐してオートサンプラ5の上面両サイドを通し、原子化装置1の手前に送り込むようにする。この結果、バージガスは原子化装置1の全面にまんべんに流れるようになる。オートサンプラ5のサンプルカップ24上面には防塵用のサンプルカバー26が設けられているので、サンプルカップ24をカバー35により二重に防塵することができる。

【0017】図3は図1に示したフレームレス原子吸光度計の上面図である。上記バージガスをサンプルカップ24内の溶液試料周辺部に急速に流すと、試料41が蒸発してその濃度が変わるという問題が発生する。このため上記バージガスの出口42をオートサンプラ5の後方に配置する。この結果、バージガスはオートサンプラ周辺部で停滞するので試料41の蒸発が防止され、また、原子化装置1の上面を通過してキュベット6加熱時に発生する有毒ガスを巻き込み排気チューブ38より屋外に排出される。

【0018】図5は上記本発明装置によるナトリウムの測定データである。図5は0.2ppbの低濃度のナトリウムの測定が再現性良く測定することを示している。これに対してが従来装置では図4に示すように測定値が大きくばらつくので、ナトリウムは0.2ppbレベルで信頼性高く測定することができなかった。なお、本発明は上記フレームレス原子吸光度計のみならず、オートサンプラと組合せて微量分析を行なうフレーム原子吸光度計、炎光吸光度計、ICP(Inductive Coupled Plasma)発光分析装置等に適用して同様な効果を得ることができる。

#### 【0019】

【発明の効果】本発明により、オートサンプラと原子化装置に防塵用カバーを設けるので、室内の塵埃がサンプルカップやキュベット内部に侵入して分析精度を低下させることを防止することができる。とくに上記塵埃中にはシリコンやナトリウム等が多く含まれるのでシリコンやナトリウム等の分析感度、測定の安定性等を向上することができる。

5

【0020】また、カバー内部に不活性ガスのクリーンガスを流して室外に排気するので、キュベットの加熱により発生する酸性ガスにより装置内部品が発錆すること防止し、また測定者の健康を保護することができる。さらに、酸や有機溶媒を使用する半導体製造装置などでは装置をクリーンルーム内に入れる必要がなくなるので、クリーンルームのスペースを有効活用でき、経済性を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

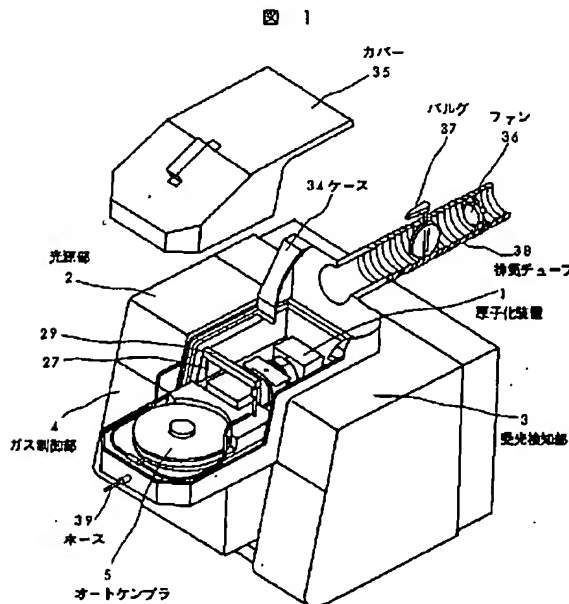
【図1】本発明によるフレイムレス原子吸光光度計の外観図である。

【図2】本発明によるフレイムレス原子吸光光度計の側面図である。

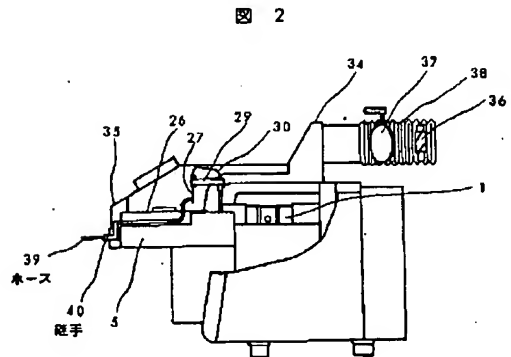
【図3】本発明によるフレイムレス原子吸光光度計の上面図である。

【図4】従来装置によるナトリウム分析データ例である。

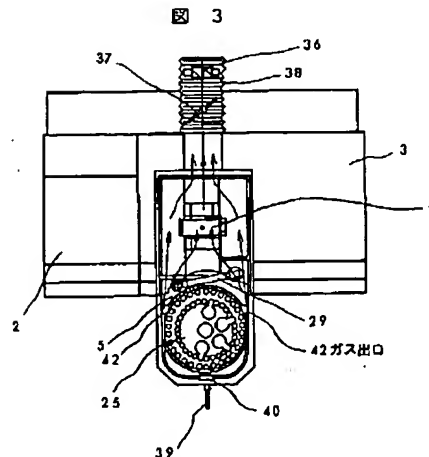
【図1】



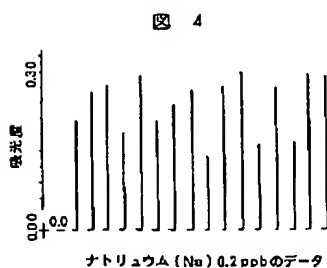
【図2】



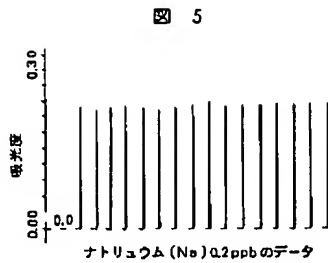
【図3】



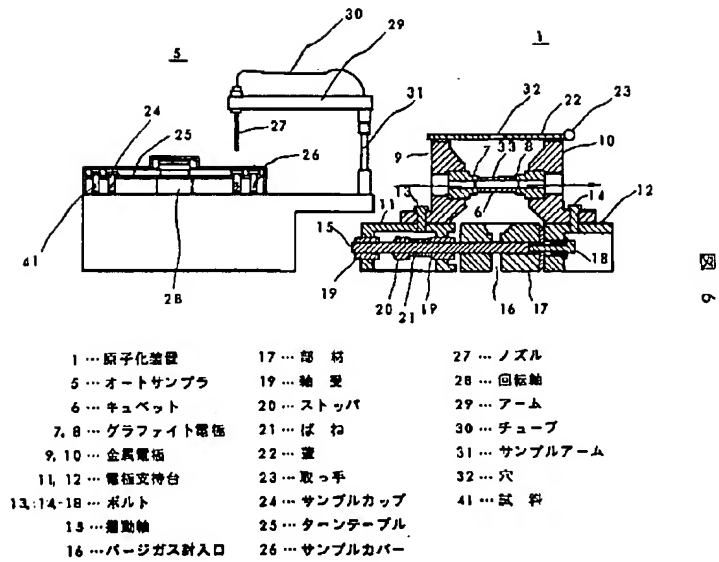
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 加賀谷 淳  
東京都青梅市今井2326番地 株式会社日立  
製作所デバイス開発センタ内